

03984098

DEVICE FOR PRODUCTION LARGE-DIAMETER FLUORITE SINGLE CRYSTAL

PUB. NO.: 04-349198 [JP 4349198 A]
PUBLISHED: December 03, 1992 (19921203)
INVENTOR(s): SATO EIJI
APPLICANT(s): NIKON CORP [000411] (A Japanese Company or Corporation), JP
(Japan)
APPL. NO.: 03-118450 [JP 91118450]
FILED: May 23, 1991 (19910523)

ABSTRACT

PURPOSE: To produce a fluorite single crystal having a large diameter (about 150-250mm).

CONSTITUTION: A crucible-lowering device (A) for producing fluorite consists of a furnace main body 7 forming a furnace chamber 7a and a side-face heater 5 arranged in the furnace chamber, and a device (B) consists of a furnace main body 7 forming a furnace chamber, a heat insulating plate 10 for vertically dividing the furnace chamber into a high-temperature furnace chamber 7b and a low-temperature furnace chamber 7c, a first side-face heater 5b arranged in the high-temperature furnace chamber 7a and a second side-face heater 5c arranged in the low-temperature furnace chamber 7c. In both devices, a crown heater 9 is provided at the upper part of the furnace chamber 7a or high-temperature furnace chamber 7b to constitute a device for producing a fluorite single crystal.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-349198

(43) 公開日 平成4年(1992)12月3日

(51) Int.Cl. ³	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 3 0 B 29/12		7821-4G		
	11/00	Z 9151-4G		
H 0 1 L 21/208		T 7353-4M		
I G 0 2 B 1/02		7820-2K		
		7630-4M		
			H 0 1 S 3/ 08	
			審査請求 未請求 請求項の数2(全 8 頁) 最終頁に続く	

(21) 出願番号 特願平3-118450

(22) 出願日 平成3年(1991)5月23日

(71) 出願人 000004112

株式会社ニコン

東京都千代田区丸の内3丁目2番3号

(72) 発明者 佐藤 栄治

神奈川県相模原市緑区緑台1丁目10番1号

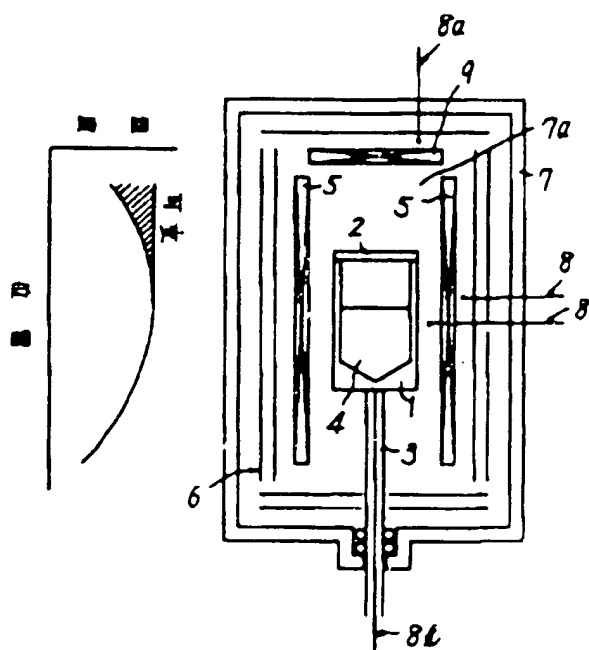
株式会社ニコン相模原製作所内

(54) 【発明の名称】 大口径の蛍石単結晶の製造装置

(57) 【要約】

【目的】 大口径($\phi 150$ mm $\sim\phi 250$ mm位)の蛍石単結晶の製造を可能にすること。

【構成】 炉室(7a)を形成する炉本体(7)及び炉室内に配置された側面ヒータ(5)からなる、蛍石の「るつぽ降下法」製造装置(A)又は炉室を形成する炉本体(7)、該炉室を高温側炉室(7b)と低温側炉室(7c)とに鉛直方向に2室に分離する断熱板(10)、該高温側炉室(7a)内に配置された第1の側面ヒータ(5b)、及び該低温側炉室(7c)内に配置された第2の側面ヒータ(5c)からなる同装置(B)において、炉室(7a)又は高温側炉室(7b)の上部に天端ヒータ(9)を付加したことを特徴とする蛍石単結晶の製造装置。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 炉室を形成する炉本体及び炉室内に配置された側面ヒータからなる、蛍石の「るつぽ降下法」製造装置において、前記炉室の上部に天端ヒーターを付加したことを特徴とする蛍石単結晶の製造装置。

【請求項2】 炉室を形成する炉本体、該炉室を高温側炉室と低温側炉室とに鉛直方向に2室に分離する断熱板、該高温側炉室内に配置された第1の側面ヒーター、及び該低温側炉室内に配置された第2の側面ヒーターからなる、蛍石の「るつぽ降下法」製造装置において、前記高温側炉室の上部に天端ヒーターを付加したことを特徴とする蛍石単結晶の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、大口径の蛍石単結晶を製造することができる「るつぽ降下法」製造装置に関するものである。本発明の製造装置により製造された蛍石単結晶は、エキシマレーザーステッパの光学系の外、例えば、レーザ発振装置、レーザCVD装置、レーザ核融合装置などの光学系に使用される構成要素、例えばレンズ、窓材、プリズムなどに有用である。

【0002】

【従来の技術】 本発明は、上記利用分野のなかでも、主としてエキシマレーザーステッパの光学系用蛍石単結晶の製造装置に関するものである。近年、ウエハ上に集積回路パターンを描画するリソグラフィ技術が急速に発展している。集積回路の高集積化の要求は高まるばかりであり、その実現のためにはステッパ投影レンズの解像力を上げてやる必要がある。投影レンズの解像力は、使用する光の波長と、投影レンズのNA（開口数）とに支配され、解像力を上げるためには、使用する光の波長をより短くし、投影レンズのNAをより大きく（大口径化）してやればよい。

【0003】 まず光の短波長化であるが、ステッパに使用する波長は、すでにg線（波長436nm）、i線（波長365nm）と進んできており、現在はi線ステッパが全盛である。この波長域までは、光学系に光学ガラスを使用することが可能であったが、さらに波長の短いKrFエキシマレーザ光（波長248nm）、ArFエキシマレーザ光（波長193nm）などになると、光学系に光学ガラスを使用するのはその透過率からいってもはや不可能である。

【0004】 このため、エキシマレーザーステッパの光学系には石英ガラス又は蛍石（フッ化カルシウム CaF_2 の結晶）を使用するのが一般的となっている。次に大口径化であるが、これは単に大口径であるだけでなく単結晶であることが望ましい。この理由を次に説明する。ステッパ投影レンズの解像力を上げるため、投影レンズを構成する各レンズ単体は極限の面精度で研磨されるが、多結晶になっていると結晶方位によって研磨速

度が異なるため、レンズの面精度を確保するのが困難となる。さらに多結晶の場合には、結晶界面に不純物が偏析しており、レーザ照射により蛍光を発したり、ひどいときには、結晶界面で発熱し、レンズが割れる場合すらある。このような理由で、エキシマレーザーステッパの投影レンズでは単結晶の蛍石が望ましいのである。従来、安定的に製造されている蛍石単結晶の大きさは、 $\phi 120\text{mm}$ 以下である。しかし、最近、 $\phi 150\text{mm} \sim \phi 250\text{mm}$ 位の大口径の蛍石単結晶が要求されるようになった。

【0005】 従来、蛍石は、「るつぽ降下法（ブリッジマン法又はストックパーガー法と呼ばれる）」で製造されており、その製造装置（炉）は、「るつぽ降下法」製造装置と呼ばれる。この装置には、図4に示す1室タイプ及び図5に示す2室タイプ（米国特許第2,214,976参照）がある。

【0006】 第4図は、1室タイプの蛍石製造装置の一例を示す概略垂直断面図である。この装置（炉）は、主として、炉室（7a）を形成する炉本体（7）と炉室内に配置されたグラファイト製の側面ヒータ（5）とからなる。炉本体（7）は、一般に水冷されたステンレス製缶体からなる。缶体は二重円筒形であり、内部を水が循環できる構造のものが多い。炉本体（7）の底を貫いて、るつぽ支持棒（3）の上部が炉室（7a）に存在する。この支持棒（3）の上部に「るつぽ（1）」が取り付けられる。

【0007】 紫外ないし真空紫外域に使用される蛍石の場合、原料に天然蛍石をそのまま使うことは稀で、化学合成で作られた高純度原料を使用するのが一般的である。原料は粉末の形で使用してもよいが、嵩比重の関係から熔融したときの目減りが激しいので、カレットを使用するのが一般的である。カレットは、上記の高純度原料粉末を一度熔融して得られた塊を粉砕して得られる。炉の中に原料（ PbF_2 などの微量のフッ素化銅を添加する）を充填した「るつぽ（1）」を置き、炉内を $10^{-5} \sim 10^{-7}\text{Torr}$ 程度の真空中に保つ。次に炉温を蛍石の融点以上、通常 $1390 \sim 1450^\circ\text{C}$ にまで上げ原料を熔融する。炉温の変動を極力防止するため、ヒータ（5）の出力制御は定電力制御か、又は高精度なPID制御にする。このとき、炉の中心線に沿った温度分布は、図4左側に示す通り、緩やかな山型となる。結晶成長させるときは、 $0.1 \sim 5\text{mm/H}$ ぐらいの速度で「るつぽ（1）」を降下させ（場合によっては回転させながら降下させる）、「るつぽ（1）」の下部の方から結晶化させていく。融液最上端まで結晶化したところで結晶成長は終了し、そのまま炉内で結晶（インゴットと呼ぶ）が割れないように簡単な徐冷を行う。炉温が常温まで下がったところで、インゴットを炉から取り出す。このままでは残留物が大きいので、アニールを行って降歪する。得られた蛍石は、この後、目的の製品別に

適当な大きさに加工される。なお、炉内の温度分布を調整可能にするため、図5に示す2室タイプが開発された。1室タイプでは炉の中心部に沿った温度分布は、図4左側に示す1つ山型である。それに対して、2室タイプでは、温度分布は、図5左側に示す2つ山型である。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明者は、最近、要求されるようになった大口徑（ $\phi 150\text{mm} \sim \phi 250\text{mm}$ 位）の螢石単結晶を、従来の螢石の「るつぼ降下法」製造装置で製造することを試みた。しかしながら、従来の装置では、大口徑の螢石単結晶が得られないと言う問題点があった。

【0009】本発明の目的は、大口徑の螢石単結晶を製造できる「るつぼ降下法」製造装置（炉）を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】そのため、本発明は、第一に、炉室を形成する炉本体及び炉室内に配置された側面ヒーターからなる、螢石の「るつぼ降下法」製造装置において、前記炉室の上部に天端ヒーターを付加したことを特徴とする螢石単結晶の製造装置（請求項1の発明）を提供する。

【0011】また、第二に、炉室を形成する炉本体、該炉室を高温側炉室と低温側炉室とに鉛直方向に2室に分離する断熱板、該高温側炉室内に配置された第1の側面ヒーター、及び該低温側炉室内に配置された第2の側面ヒーターからなる、螢石の「るつぼ降下法」製造装置において、前記高温側炉室の上部に天端ヒーターを付加したことを特徴とする螢石単結晶の製造装置（請求項2の発明）を提供する。

【0012】

【作用】単結晶を作るには、結晶成長速度を遅くするほか、結晶起点を「るつぼ」最下端の一点にするため、①「るつぼ」の内面を滑らかに仕上げる、②「るつぼ」の最下端を尖らせる（最下端に円柱孔を設け、そこに種結晶を置く場合もある）などいくつか配慮すべき点があるが、なかでも最も重要なのは、結晶融液中に、図6に示すようにわずかながら上に凸の温度分布を作ることである。結晶は、等温線（等温面）に直交するように成長していくため、上に凸の温度分布を作ること、融液の中央から外に向かって結晶成長させ、単結晶化を可能にするのである。このとき、逆に、下に凸の温度分布を作ってしまうと、結晶は外から中央に向かって成長し必ず多結晶体になってしまう。

【0013】図6において、「るつぼ」内の結晶融液（4）の伝熱状態を考えてみると、融液（4）は、るつぼ（1）からは主として伝導により、また、「るつぼ」のフタ（2）からは輻射により熱を受ける。るつぼ（1）とフタ（2）は、側面ヒーター（5）から輻射により加熱される。また、るつぼ（1）は、伝導により、

るつぼ支持棒（3）の方向に熱を奪われる。結局、結晶融液（4）内の温度分布は、ヒーター（5）から「るつぼ（1）」への伝熱速度 Q_1 、ヒーター（5）からフタ（2）への伝熱速度 Q_2 、そして、るつぼ支持棒（3）方向への伝導による伝熱 Q_3 の総合的なバランスにより決定される。融液中の温度分布が上に凸になるか下に凸になるかは、融液の周辺の温度（るつぼ（1）に接触している部分の温度）に対して、相対的に融液中央の温度が低くなるか高くなるかの問題であるから、フタ（2）から融液（4）の液面への輻射伝熱が非常に重要となる（輻射伝熱の理論から、対面している面からの伝熱が支配的となる）。

【0014】例えば、図7に示すように、 Q_3 が小さく（熱伝導度の小さい材料で、かつ肉薄な「るつぼ」を使用）、また Q_2 に比べ Q_1 が非常に大きい場合には、融液中央の温度に比べ融液周辺の温度が上がりすぎるため、図7のように融液の中央で降下、融液周辺で上昇の対流が生じ、上に凸の温度分布を安定して作ることができない。

【0015】また、逆に、図8に示すように、 Q_3 が大きく（熱伝導度の大きい材料で、かつ肉厚な「るつぼ」を使用）、また Q_1 に比べ Q_2 が非常に大きい場合には、融液周辺の温度に比べ融液中央の温度が上がりすぎるため、図8のように融液の周辺で降下、融液中央で上昇の対流が生じ、やはり、上に凸の温度分布を安定して作ることができない。フッ化カルシウムの融液の粘度は、熔融状態で0.01ポアズ以下であり、対流は温度分布に対して非常に敏感である。ところが、図4や図5に示すような従来の製造装置では、 Q_3 こそ、るつぼ材質や肉厚を変更することである程度可変にできるものの、 Q_1 、 Q_2 のバランスは装置が決まれば一義的に決まってしまう調整できないのが実状である。大口徑になればなるほど、融液の温度分布決定に対して Q_2 の寄与率が高くなるのは輻射伝熱の理論から明かであり、 Q_1 、 Q_2 のバランスを調整できない従来の製造装置では、大口徑の螢石単結晶を製造することは事実上不可能であった。

【0016】それに対して、本発明に従い、天端ヒーターを設けることにより、 Q_1 、 Q_2 のバランスを調整できるようになり、大口徑の螢石単結晶を製造することが可能になった。以下、実施例により本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれに限られるものではない。

【0017】

【実施例1】・・・請求項1の発明の例

図1は、本実施例にかかる製造装置（1室タイプ）の概略縦断面図である。この装置は、図4と同じく主として、炉室（7a）を形成する炉本体（7）と炉室内に配置されたグラファイト製の側面ヒーター（5）とからなる。炉本体（7）は、一般に水冷されたステンレス製面体からなる。炉体は二重円筒形であり、内部を水が満

増える構造を有する。炉本体(7)の底を貫いて、るつぼ支持棒(3)の上部が炉室(7a)に存在する。この支持棒(3)の上部に「るつぼ(1)」が取り付けられる。炉本体(7)の内側には、断熱板(6)例えば、研磨されたモリブデン板が配置されており、熱損失を減らすとともに炉本体(7)を高熱から守っている。

【0018】この装置では、本発明の特徴である天端ヒーター(9)が、炉室(7a)の上部に取り付けられている。天端ヒーター(9)は当然のことながら、側面ヒーター(5)とは独立に制御される。

【0019】

【実施例2】・・・請求項2の発明の例

図2は、本実施例にかかる製造装置(2室タイプ)の概略縦断面図である。この装置は、図5と同じく主として、炉室を形成する炉本体(7)、該炉室を高温側炉室(7b)と低温側炉室(7c)とに鉛直方向に2室に分離する断熱板(10)、該高温側炉室内に配置された第1の側面ヒーター(5b)、及び該低温側炉室内に配置された第2の側面ヒーター(5c)からなる。炉本体(7)は一般に水冷されたステンレス製圧延体からなる。圧延体は二重円筒形であり、内部を水が循環できる構造を有する。炉本体(7)の底を貫いて、るつぼ支持棒(3)の上部が炉室(7a)に存在する。この支持棒(3)の上部に「るつぼ(1)」が取り付けられる。断熱板(10)は、一般にはグラファイトで作られるが、場合により、研磨したモリブデン板も断熱板として使用される。

【0020】本装置では、本発明の特徴である天端ヒーター(9)が、高温側炉室(7b)の上部に取り付けられている。天端ヒーター(9)、第1の側面ヒーター(5b)及び第2の側面ヒーター(5c)は、当然のことながら、独立に制御される。

【0021】

【実施例3】・・・請求項2の発明の例

図3は、本実施例にかかる製造装置(2室タイプ)の概略縦断面図である。本装置は、実施例2(図2)と同じであるが、低温側炉室(7c)の下部に、底部ヒーター(11)とその下に熱電対(8b)が取り付けられている点だけが相違する。

【0022】第1の側面ヒーター(5b)、第2の側面ヒーター(5c)、天端ヒーター(9)及び底部ヒーター(11)は、当然のことながら、それぞれ独立に制御される。原料を満たした「るつぼ(1)」を、最初に高温側炉室(7b)の中にセットし、全部のヒーターに通電することにより真空中で原料を熔融する。純粋なフッ化カルシウムの融点は1373℃であり、熱電対(8c)の表示温度をそれよりやや低めの1350~1360℃になるように高温側炉室(7b)と低温側炉室(7c)の温度を調節する。融点1373℃を高温側炉室内に持っていき、低温側炉室内にもっていきと融点1

373℃での等温線(等温面)、すなわち、結晶~融液界面の形状が下に凸になってしまうからである。通常、高温側炉室(7b)の温度(熱電対8dの表示値)は融点より50℃ほど高めに、低温側炉室(7c)の温度(熱電対8eの表示値)は融点より50~100℃ほど低めになるように調節する。このとき高温側炉室(7b)において、第1の側面ヒーター(5b)と天端ヒーター(9)の出力バランスの最適化をはかる(実際には熱電対(8f、8a)の温度設定によりバランスの最適化を行う)ことにより、るつぼ(1)内の結晶融液(4)中にわずかながら上に凸の温度分布を作ることができる。

【0023】原料熔融後、一定時間保持した後、このような温度分布をもつ炉の中で、支持棒(3)を下げることにより、るつぼ(1)を降下させ(場合によっては回転させながら降下させる)結晶成長させることで、目的物である大口径の蛍石単結晶の製造が可能となる。さて、本実施例において、天端ヒーター(9)が存在することで、さらに次のような応用も可能である。

【0024】結晶製造においては、炉温の変動を極力抑えるために、ヒーターの出力制御は、定電力制御か高精度なPID制御にするのが一般的である。しかし、図4及び図5に示す従来の製造装置においては、結晶成長に伴い「るつぼ(1)」が降下して行くと炉内の温度分布が微妙に変化していく。特に側面ヒーター(5)、(5b)からフタ(2)への輻射伝熱速度Q2は、るつぼ(1)の降下に伴い大きくなっていく。そのため、結晶成長に伴い、融液(4)の中には下に凸の温度分布が次第にでき易くなっていき、これまでインゴットは上部ほど多結晶になる傾向が強かった。この場合、結晶界面を含まないように加工(除去)すれば、単結晶を取り出すことができるが、この単結晶は、口径の小さいものである。

【0025】しかし、本発明に従い、天端ヒーター(9)を設けると、るつぼ(1)の降下にともないヒーター(9)の出力をプログラム制御で落としていく(実際には、熱電対(8a)の制御温度の設定値をプログラムで下げていく)ことが可能で、融液(4)中に下に凸の温度分布を作ることなしに結晶成長を完了させることができる。その結果、インゴットは全て単結晶となる。従って、それは大口径となり、また、収率も高くなる。このことは、実施例1、2でも同じである。

【0026】

【発明の効果】本発明によれば、天端ヒーターを設けたことで、結晶成長中、融液(4)内に上に凸の温度分布を安定してつくることが可能となり、大口径の蛍石単結晶を製造することが可能となる。これまでは、口径φ150mmの蛍石単結晶を得ることすら困難であったが、本発明により、φ200mm級の大口径蛍石単結晶を安定して製造することが可能となる。既述のように、大口径になればなるほど本発明の製造装置の利点が生かされる。

【0027】従って、本発明の装置で製造される鑽石単結晶は、エキシマレーザーステッパの光学系を構成する素材として、極めて有用である。

【図面の簡単な説明】

【図1】は、本発明の実施例1にかかる製造装置の概略垂直断面図である。左側に装置（炉）の鉛直方向の中心線に沿った炉室温度分布を付加してある。

【図2】は、本発明の実施例2にかかる製造装置の概略垂直断面図である。左側に装置（炉）の鉛直方向の中心線に沿った炉室温度分布を付加してある。

【図3】は、本発明の実施例3にかかる製造装置の概略垂直断面図である。左側に装置（炉）の鉛直方向の中心線に沿った炉室温度分布を付加してある。

【図4】は、従来の1室タイプの製造装置の概略垂直断面図である。左側に装置（炉）の鉛直方向の中心線に沿った炉室温度分布を付加してある。

【図5】は、従来の2室タイプの製造装置の概略垂直断面図である。左側に装置（炉）の鉛直方向の中心線に沿った炉室温度分布を付加してある。

【図6】は、「るつば」の概略垂直断面と融液（原料が溶けたもの）の温度分布を示す概念図である。

【図7】は、「るつば」の概略垂直断面と融液（原料が

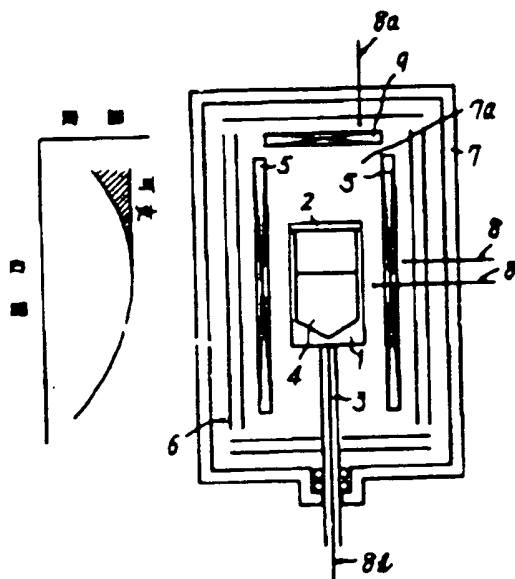
溶けたもの）の温度分布を示す概念図である。

【図8】は、「るつば」の概略垂直断面と融液（原料が溶けたもの）の温度分布を示す概念図である。

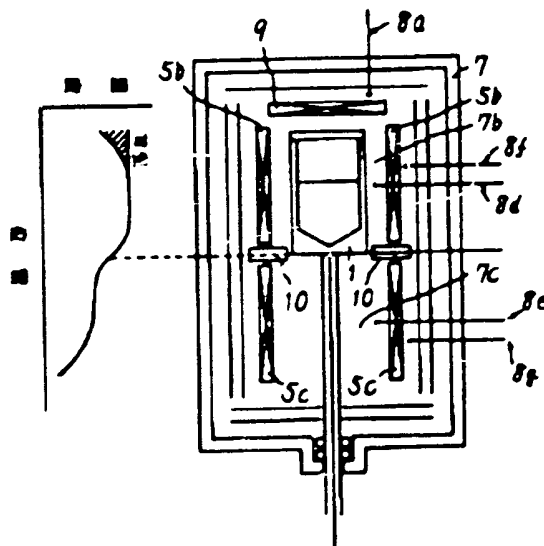
【主要部分の符号の説明】

- | | |
|------------------------------|----------------|
| 3 るつば支持棒 | 1 る |
| つば | |
| 5 側面ヒーター | 2 る |
| つばのフタ | |
| 5b . . . 第1の側面ヒーター | 4 原料融液 |
| 5c . . . 第2の側面ヒーター | |
| 6 熱遮断板 | |
| 7 炉本体 | |
| 7a . . . 炉室 | |
| 7b . . . 高温側炉室 | |
| 7c . . . 低温側炉室 | |
| 8, 8a ~ 8h . . . 熱電対（温度計の一部） | |
| 9 天端ヒーター | |
| 10 . . . 断熱板 | |
| 11 . . . 底部ヒーター | |
- 以上

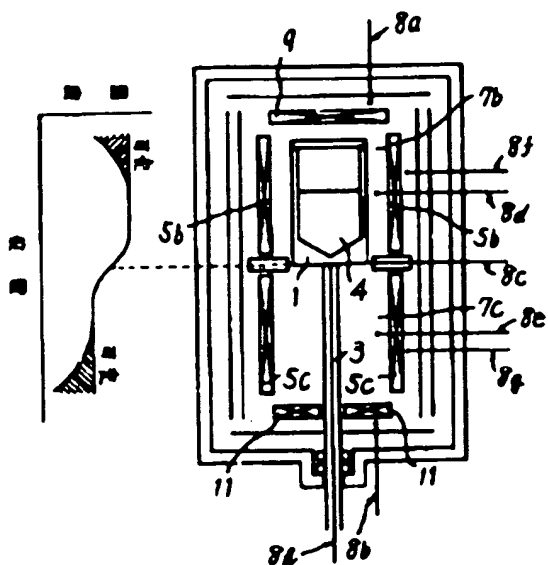
【図1】



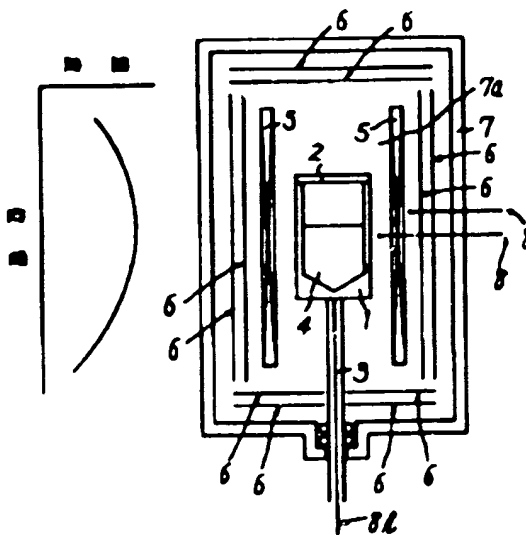
【図2】



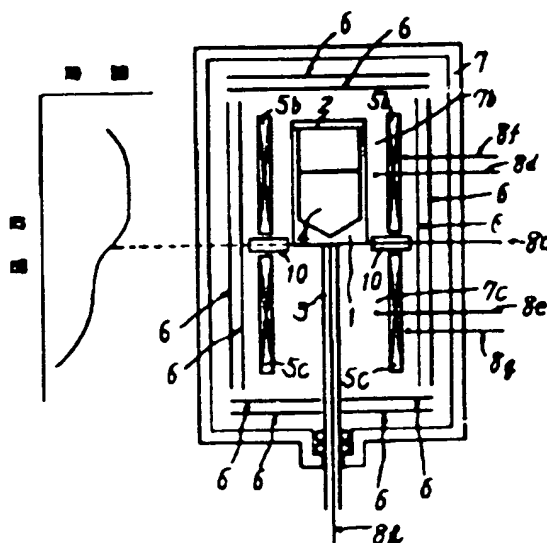
【図 3】



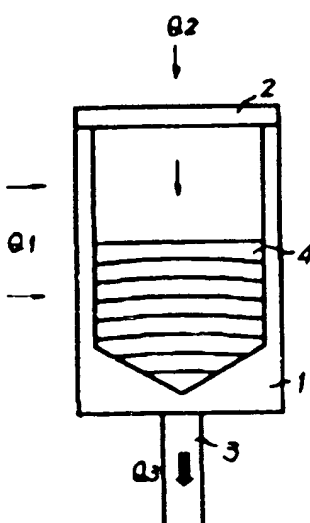
【図 4】



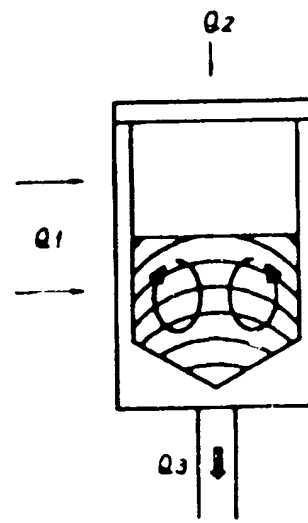
【図 5】



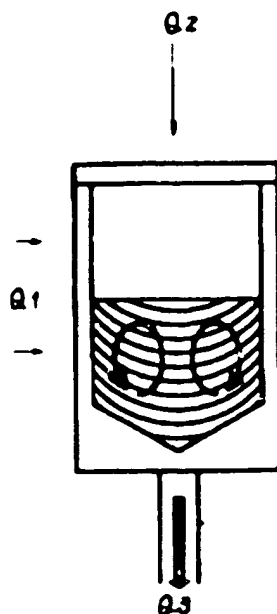
【図 6】



【図 7】



【図8】



【手続補正書】

【提出日】平成3年6月6日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正内容】

【0004】このため、エキシマレーザーステッパの光学系には石英ガラス又は蛍石（フッ化カルシウム CaF_2 の結晶）を使用するのが一般的となっている。次に大口径化であるが、これは単に大口径であるだけでなく単結晶であることが望ましい。この理由を次に説明する。ステッパ投影レンズの解像力を上げるため、投影レンズを構成する各レンズ単体は極限の面精度で研磨されるが、多結晶になっていると結晶方位によって研磨速度が異なるため、レンズの面精度を確保するのが困難となる。さらに多結晶の場合には、結晶界面に不純物が偏析しており、レーザー照射により蛍光を発したり、ひどいときには、結晶界面で発熱し、レンズが割れる場合すらある。このような理由で、エキシマレーザーステッパの投影レンズでは単結晶の蛍石が望ましいのである。従来、安定的に製造されている蛍石単結晶の大きさは、 $\phi 1 \sim 0.5 \text{ mm}$ 以下である。しかし、最近、 $\phi 1.5 \sim 0.5 \text{ mm}$ 位の口径の蛍石単結晶が要求されるようになった。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正内容】

【0007】紫外ないし真空紫外域に使用される蛍石の場合、原料に天然蛍石をそのまま使うことは稀で、化学合成で作られた高純度原料を使用するのが一般的である。原料は粉末の形で使用してもよいが、高比重の関係から熔融したときの目減りが激しいので、カレットを使用するのが一般的である。カレットは、上記の高純度原料粉末を一度熔融して得られた塊を粉砕して得られる。炉の中に原料（ PbF_2 などの微量のフッ素化剤を添加する）を充填した「るつぼ（1）」を置き、炉内を $10^{-3} \sim 10^{-4} \text{ Torr}$ 程度の真空中に保つ。次に炉温を蛍石の融点以上、通常 $1390 \sim 1450^\circ\text{C}$ にまで上げ原料を熔融する。炉温の変動を極力防止するため、ヒーター（5）の出力制御は定電力制御か、又は高精度なPID制御にする。このとき、炉の中心線に沿った温度分布は、図4左側に示す通り、緩やかな山型となる。結晶成長させるときは、 $0.1 \sim 5 \text{ mm/H}$ ぐらいの速度で「るつぼ（1）」を降下させ（場合によっては回転させながら降下させる）、「るつぼ（1）」の下部の方から結晶化させていく。融液近上端まで結晶化したところで結晶成長は終了し、そのまま炉内で結晶（インゴットと呼ぶ）が割れないように簡単な徐冷を行う。炉温が常温まで下がったところで、インゴットを炉から取り出す。このままでは残留歪が大きいので、アニールを行って除歪する。得られた蛍石は、この後、目的の製品別に適当な大きさに加工される。なお、炉内の温度分布を調

置可能にするため、図5に示す2室タイプが開発された。1室タイプでは炉の中心線に沿った温度分布は、図4左側に示す1つ山型である。それに対して、2室タイプでは、温度分布は、図5左側に示す2つ山型である。

【手続補正3】

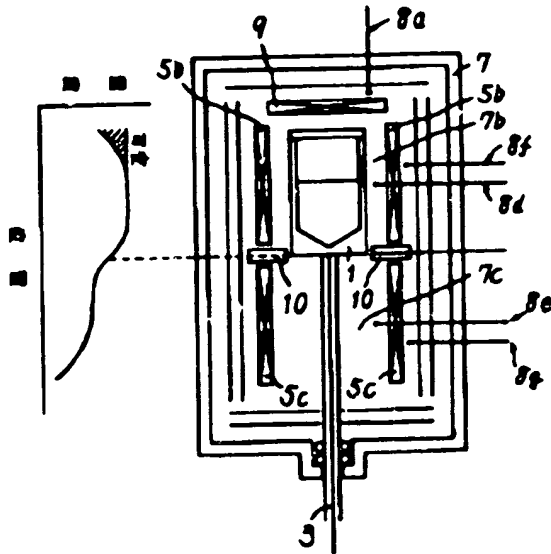
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図2

【補正方法】変更

【補正内容】

【図2】



【手続補正4】

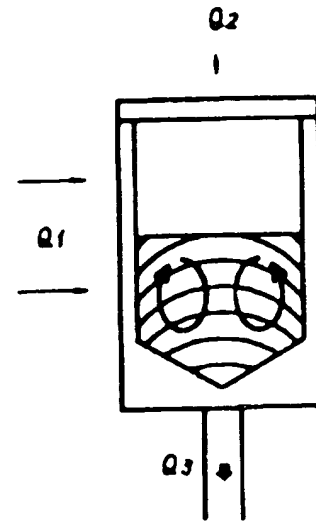
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図7

【補正方法】変更

【補正内容】

【図7】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 3

H01S 3/08

識別記号

庁内整理番号

F1

技術表示箇所